

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-044165

(43)Date of publication of application : 23.02.1993

---

(51)Int.Cl. D06M 15/03  
A41B 17/00  
A61L 2/16  
D04H 3/00  
D04H 13/00  
D06B 1/00  
// D06M101:16

---

(21)Application number : 03-208350

(71)Applicant : UNITIKA LTD

(22)Date of filing : 21.08.1991

(72)Inventor : TANAKA KOJI

EZAKI KOJI

NOGUCHI NOBUO

(30)Priority

Priority number : 02220780

Priority date : 21.08.1990

Priority country : JP

---

(54) ANTIBACTERIAL, MILDEW-PROOFING AND DEODORIZING FILAMENT AND NONWOVEN FABRIC

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a filament exhibiting excellent antibacterial, mildew-proofing and deodorizing activities and having extremely high safety by coating a deacetylated chitin to a filament made of a thermoplastic polymer or a nonwoven fabric composed of the filament.

CONSTITUTION: An organic acid salt (e.g. acetic acid salt solution) of a deacetylated chitin is applied to a filament of single polymer consisting of a thermoplastic polymer such as polyethylene terephthalate, polyolefin or polyamide, a mixture of two or more kinds of the polymers or a conjugate filament such as core-sheath conjugate filament composed of two or more kinds of the polymers or a nonwoven fabric made of the filaments to obtain the objective filament or nonwoven fabric exhibiting excellent antibacterial, mildew-proofing and deodorizing activities, free from toxicity and having extremely high safety. The product is suitable as a material for common clothes, medical and sanitary materials, etc.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

15.06.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3048431

[Date of registration]

24.03.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3048431号

(P3048431)

(45)発行日 平成12年6月5日(2000.6.5)

(24)登録日 平成12年3月24日(2000.3.24)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

D 0 6 M 15/03

D 0 6 M 15/03

A 6 1 L 2/16

A 6 1 L 2/16

Z

D 0 1 F 11/00

D 0 1 F 11/00

// D 0 6 M 101:16

請求項の数 2 (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3-208350

(22)出願日 平成3年8月21日(1991.8.21)

(65)公開番号 特開平5-44165

(43)公開日 平成5年2月23日(1993.2.23)

審査請求日 平成10年6月15日(1998.6.15)

(31)優先権主張番号 特願平2-220780

(32)優先日 平成2年8月21日(1990.8.21)

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(73)特許権者 000004503

ユニチカ株式会社

兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地

(72)発明者 田中 広司

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ  
株式会社中央研究所内

(72)発明者 江崎 孝二

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ  
株式会社中央研究所内

(72)発明者 野口 信夫

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ  
株式会社中央研究所内

(74)代理人 100068087

弁理士 森本 義弘

審査官 澤村 茂実

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法および抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 キトサンに水を加えて膨潤させた後、水と有機酸とを加えてキトサン有機酸塩の水溶液を作成し、このキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤とを混合して混合液を作成し、熔融紡糸した糸条の延伸工程中に前記混合液を前記糸条に塗布することを特徴とする抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法。

【請求項2】 キトサンに水を加えて膨潤させた後、水と有機酸とを加えてキトサン有機酸塩の水溶液を作成し、このキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤とを混合して混合液を作成し、熔融紡糸した糸条の延伸工程中に前記混合液を前記糸条に塗布することで得られる長繊維を不織布化することを特徴とする抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法。

【発明の詳細な説明】

2

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は抗菌性、抗カビ性および防臭性を有し、肌着、靴下などの一般衣料材、病院用ベッドシート、包帯、パップ材基布およびおむつなどの医療衛生材、マクラカバー、手袋、タオル、エプロンなどの生活関連材、シート、布団カバーなどの寝装材、食品包装材、ティーバッグ、使い捨てカイロなどの生活関連資材として好適に使用することができる抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法および抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法に関するものである。

【0002】

【0003】

【従来の技術】近年、健康的で快適な生活環境作りの必要性から、抗菌防臭加工を施した繊維製品が数多く提案されている。

【0004】例えば、特公昭63-54013号公報、特開昭63-175117号公報、特開平1-250413号公報には、ゼオライトに担持させた抗菌性金属（Ag、Cu、Zn）のイオンの解離により抗菌性を付与することが提案されている。また、抗菌性を付与するためにビグアナイド誘導体、有機シリコン系第四級アンモニウム塩などの各種抗菌剤を繊維や布帛に塗付する方法も提案されている。

【0005】しかしながら、これらの方法にはいずれも使用する用途によっては人体、特に新生児などの皮膚の弱い者に対し衛生上問題がある。そこで、近年、人体に対する毒性が無く極めて安全性の高いキトサンまたはキトサン誘導体を抗菌製品に適用しようとする試みがなされている。キトサンの抗菌性を利用した製品としては、例えば、特開昭62-83875号公報、特開昭63-102623号公報にキトサンが付与されたフィルムおよび漁網が提案されている。上記キトサンの安全性についてはキトサンを含むキチン質がカニ、エビ、昆虫あるいは茸などの農産物として食用に供されてきた実績からも裏付けられている。また、最近ダイエット食品への添加が行なわれ厚生省がまとめた天然食品添加物リストにも掲載されている。また、キトサンの構成単位であるD-グルコサミンは体内で生理機能を担う構成物質として存在し、代謝機能が備わっていることが知られている。さらに、マウス、ラットによる一般毒性、局所毒性の検索においても急性毒性、変異原性はみられず、人パッチテストにおいてもほとんど無刺激性であることが報告されている。

【0006】ところが、上記従来例は一般衣料材や医療衛生材など、人体に直接触れるものに適用されるものではなかった。さらに、キチンの無機酸塩を含む抗菌性繊維製品も提案されているが、使用される無機酸としては例えば塩酸、硫酸、燐酸、硝酸などであり、いずれも酸性度が非常に高く、工業的に使用する場合、取り扱いに注意しなければならないし、廃液の処理が高価になるという問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、人体に対する毒性が無く、極めて安全性が高く、抗菌性、抗カビ性および防臭性を有し、一般衣料材、医療衛生材、生活関連材、寝装材などの素材として好適に使用することができる優れた長繊維の製造方法および長繊維不織布の製造方法を提供しようとするものである。

【0008】

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法は、キトサンに水を加えて膨潤させた後、水と有機酸とを加えてキトサン有機酸塩の水溶液を作成し、このキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤とを混合して混合液を作成し、溶融紡糸した糸条に前記混合液を塗布することを要旨とするものである。また本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法は、キト

サンに水を加えて膨潤させた後、水と有機酸とを加えてキトサン有機酸塩の水溶液を作成し、このキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤とを混合して混合液を作成し、溶融紡糸した糸条に前記混合液を塗布することで得られる長繊維を不織布化することを要旨とするものである。したがって本発明によると、溶融紡糸した糸条にキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤との混合液を塗布するため、この製造方法によって得られる長繊維およびこの長繊維にて形成された不織布にはキチンの脱アセチル化物の有機酸塩が均一に塗布されることになる。

【0010】本発明でいう長繊維は、繊維形成性を有する熱可塑性重合体からなるものであって、単一重合体からなるもの、または2種以上の重合体が混合されたものからなるもの、または2種以上の重合体が芯鞘型あるいはサイドバイサイド型などに複合されたものなどである。熱可塑性重合体としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、共重合ポリエステルなどのポリエステル、線状低密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィンあるいはナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン46などのポリアミドが挙げられ、複合繊維の場合には、ポリエチレンテレフタレートと高密度ポリエチレンの組み合わせやポリプロピレンと線状低密度ポリエチレンの組み合わせ、ポリプロピレンのホモポリマーとエチレンがランダムに共重合されたポリプロピレン系共重合体との組み合わせなどが挙げられる。

【0011】この長繊維の単糸繊維は、特に限定されないが、特に、医療衛生材や寝装材などの用途において柔軟性が要求される場合には、5デニール以下好ましくは2デニール以下とするのが良い。

【0012】この長繊維の断面形状としては、丸型あるいは三角型などの異型であっても、または中空断面型であっても良い。本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維は、前述したように、前記長繊維にキチンの脱アセチル化物の有機酸塩が塗付されているものである。

【0013】本発明でいう抗菌抗カビ防臭成分であるキチンの脱アセチル化物としては、例えば主としてカニ、エビなどの甲殻類の外殻からカルシウム、タンパク質などの狭雑物を酸およびアルカリ処理で除去して得られるキチンを酸処理あるいは酵素処理することによって脱アセチル化した分子量数十万のアミノ基を有する高分子量ポリマー、いわゆるキトサンが挙げられる。また、キトサンを酸あるいは酵素処理で適度に分解した分子量数千から数万の比較的低分子量のポリマーであっても良い。このキトサンの脱アセチル化度は、有機酸への溶解性および抗菌性から考慮して、50%以上であることが好ましい。

【0014】ここでいう脱アセチル化度とは、次のような方法で測定された値をいう。試料約2gを2Nの塩酸

水溶液200 ml中に投入し、室温で30分間攪拌する。次いで、ガラスフィルターで濾過して塩酸水溶液を除去した後、200 mlメタノール中に投入して30分間攪拌する。これをさらにガラスフィルターで濾過し、フレッシュなメタノール200 ml中に投入し、30分間攪拌する。このメタノールによる洗浄操作を4回繰り返した後、風乾および真空乾燥し、次いで、その約0.2gを精秤し、100 mlの三角フラスコに取り、イオン交換水40mlを加えて30分間攪拌する。さらに、この溶液をフェノールフタレインを指示薬として0.1 Nの苛性ソーダ水溶液で中和滴定する。脱アセチル化度(A)は、数1によって求められる。

【0015】

【数1】

$$A(\%) = \frac{2.03 \times f \times b \times 10^{-3}}{a + 0.035 \times f \times b \times 10^{-3}} \times 100$$

【0016】ただし、aは試料の重量(g)、fは0.1 Nの苛性ソーダ水溶液の力値、bは0.1 Nの苛性ソーダ水溶液の滴定量(ml)である。次に、本発明の抗菌抗

【0017】本発明の長繊維は、通常の熔融紡糸装置により前記重合体から製造することができる。製造法としては、引取り速度100～1500m/分程度で紡糸した後、延伸倍率1.5～6.0倍程度で延伸するいわゆる2工程法、または引き取り速度3000m/分以上で引き取るいわゆる高速紡糸法、あるいは紡糸と延伸とを連続して行なういわゆる直接紡糸延伸法など、いずれの方法であっても良いが、キトサン酢酸塩水溶液を塗付した後の乾燥効率を向上させたい場合は上記2工程法を採用するのが良

【0018】次に、繊維にキチンの脱アセチル化物、例えばキトサンまたはキトサン軽度分解物の有機酸塩の水溶液を塗布する方法について述べる。塗布の方法としては、浸漬法、噴霧法などを用いることができる。塗布は、前記長繊維製造工程中、繊維紡出から引取り工程間、延伸工程間、延伸工程後から巻き取り工程間などのいずれにおいて行なっても良いが、通常、延伸工程中に延伸油剤とキトサン有機酸塩の水溶液とを混合し、塗布するのが好ましい。

【0019】前記処理液の調整は、次の方法により行なう。まずキトサンまたはキトサン軽度分解物を水に膨潤させた後、酸に溶解する。可溶化のために使用する酸としては、蟻酸、酢酸、乳酸、クエン酸、アジピン酸、グルコン酸、酒石酸などの有機酸を用いることができる。

【0020】塗付方法、塗付速度、処理液粘度などの違いによる付着量の調節は、処理液濃度を変更することにより行なう。なお、本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維は、必要に応じて他の繊維と複合して用いても良い。ここでいう他の繊維とは、ポリアミド、ポリエステル、ポ

リオレフィン、アクリル、レーヨン、アセテートなどの重合体からなる長繊維または短繊維、綿、羊毛、麻などの天然繊維をいう。また、複合するに際しては、本発明の長繊維が複合糸の少なくとも表面の一部を占めるように複合することが抗菌抗カビ防臭効果を発現させる上で必要である。

【0021】本発明の長繊維不織布は、キチンの脱アセチル化物の有機酸塩が塗布された熱可塑性重合体の長繊維から構成されていても良く、あるいは前記重合体からなり且つキチンの脱アセチル化物の有機酸塩が塗布されていない長繊維からなる不織布にキチンの脱アセチル化物の有機酸塩を塗布して構成されていても良い。この不織布は目付けが10g/m<sup>2</sup>以上200g/m<sup>2</sup>以下のものであり、目付けが10g/m<sup>2</sup>未満であると目付けが低すぎて均一な不織布を製造することが困難であるばかりでなく、不織布としての利用価値が乏しい。一方、目付けが200g/m<sup>2</sup>を超えると目付けが高すぎて不織布が厚くなると共に硬くなり、衣料材や医療衛生材として使用する上で好ましくない。本発明の抗菌抗カビ防臭性不織布は、前述のように前記不織布に前記長繊維と同様にキチンの脱アセチル化物の有機酸塩が塗付されているものである。

【0022】次に、本発明の抗菌抗カビ防臭性不織布の製造方法について説明する。その場合、前述のようにキチンの脱アセチル化物の有機酸塩が塗布された長繊維を用い、この長繊維を例えばエアースッカーなどの手段により開繊すると同時にウェブコンベアー上に堆積させてウェブを形成した後、必要に応じてエンボスローラーなどの手段により不織布とする。

【0023】また、通常の熔融紡糸装置を用いて前記重合体からなる長繊維を紡出し、エアースッカーなどの引き取り手段で引き取り、開繊後、ウェブコンベアーなどの捕集面上に堆積させてウェブとするか、あるいは引き取りローラーで引き取りながら連続して引き取りローラーと延伸ローラー間で延伸した後開繊しウェブとする。引き取り速度は単糸繊維度や重合体の種類にもよるが、通常エアースッカーなどの引き取り手段では2500～5000m/分程度、引き取りローラーの場合には100～500m/分程度とするのが良い。次いで、得られたウェブに必要なに応じて例えばエンボスローラーを用いてエンボス処理を施して不織布とする。エンボス処理条件は、エンボスローラーの線圧を通常30～100kg/cmとし、エンボスローラー温度を、熱可塑性重合体の種類により異なるが繊維を構成する熱可塑性重合体の融点より5～30℃程度低い温度とする。複合繊維の場合には、繊維を構成する重合体のうち低融点成分の融点より5～30℃程度低い温度とするのが良い。次に、得られた不織布にキチンの脱アセチル化物、例えばキトサンまたはキトサン軽度分解物の有機酸塩の水溶性処理液を塗付する。塗付の方法としては浸漬法、噴霧法、バットドライ法などを用いること

7

ができる。塗付は通常ウェブ形成後から巻き取り間に設けた別途塗付工程において塗付するのが良い。処理液の調整はキチンの脱アセチル化物を水にて膨潤させた後、酸に溶解して行なう。可溶化のために使用する酸としては蟻酸、酢酸、乳酸、クエン酸、アジピン酸、グルコン酸、酒石酸などの有機酸などを用いる。次に、処理液を塗付した不織布を乾燥する。乾燥は通常の熱風循環乾燥機で行ない、水分を蒸発させることでキチンの脱アセチル化物の有機酸塩を不織布の構成繊維表面上に固着させる。乾燥温度は、通常前記長繊維不織布を構成する熱可塑性重合体の融点より5℃以上低い温度とする。塗付速度は不織布の生産速度で良く、通常10~100 m/分であり最大100 m/分の高速処理も可能で、何ら生産速度を制限するものではない。塗付方法、塗付速度、処理液粘度などの違いによる付着量の調節は処理液濃度を変更することにより行なう。長繊維不織布には油剤を塗布しても良く、例えば帯電防止剤、吸水剤、撥水剤などの油剤を混合塗付しても良い。以上に述べたごとく処理液の塗付は不織布製造工程上オンラインであっても、一旦巻き取った不織布に塗付するオフラインであっても良い。

【0024】

【作用】本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法あるいは抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法は、溶融紡糸した糸条にキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤との混合液を塗布するので、抗菌、抗カビおよび防臭性が発現される。キトサンの抗菌作用についてはカビの増殖抑制作用やEscherichia coli (大腸菌)、Staphylococcus aureus (黄色ぶどう球菌)、Pseudomonas aeruginosa (緑膿菌)、Bacillus subtilis (枯草菌)などのグラム陽性、グラム陰性細菌に対する増殖抑制作用が報告されている。これら抗菌作用の機作の詳細は不明であるが、四級化したキトサンのカチオン性アミノ基によって菌の細胞壁中の陰イオン構成物質が吸着され、その結果細胞壁の生合成が阻害あるいは壁内外の物質の能動輸送が阻止されるため、抗菌作用が発現されるものと推定されている。一方、身の回りに存在する多くのカビや細菌が下着やソックスに吸着した汗の成分を資化して繁殖し、不快な臭いを発生する。従って、これら微生物の繁殖をキトサンまたはキトサン軽度分解物の有機酸塩または無機酸塩で抑制することで臭いの発生を抑えることが可能である。

【0025】

【実施例】次に、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。実施例において、キチンの脱アセチル化物として、BL型粘度計を用い、試料濃度1重量%、温度20℃

8

で測定した粘度が9.8センチポイズ、脱アセチル化度が91.6%のキトサンを用いた。なお、このキトサン1重量部に対しイオン交換水25重量部を加えてキトサンを膨潤させた後、氷酢酸0.2重量部と、イオン交換水23.8重量部を加え、キトサン処理原液を作成し、繊維および不織布の塗布液とした。また、シェイクフラスコ法(繊維製品衛生加工協議会認定の抗菌効果試験方法)により菌減少率(%)を測定し、抗菌性を評価した。なお、前記評価にあたっては使用菌株としてK.pneumoniae ATCC4352を用いた。また、実施例中に示した不織布の引張り強力はJIS L-1096に記載のストリップ法に準じ、幅30mm、長さ100mmの試験片から最大引張り強力を測定し求めた。

【0026】実施例1

融点が128℃、メルトインデックス値が80g/10分のポリエチレン重合体成分Aと、融点が258℃、固有粘度が0.70のポリエステル重合体成分Bを、複合紡糸孔200孔を有する紡糸口金4鏝から紡出し、重合体成分Aを鞘成分、重合体成分Bを芯成分とする芯鞘複合型長繊維を紡出した。単孔吐出量は、重合体A、B共に0.3g/分(成分Aと成分Bの重量比は1:1)とした。次いで、紡出された長繊維糸条を冷却して引き取り速度1200m/分で引き取った後、延伸倍率2.15倍で延伸することにより長繊維を作成した。

【0027】キトサン酢酸塩水溶液の塗付は、上記長繊維製造工程中において、延伸油剤に所定濃度のキトサン酢酸塩水溶液を混合し、油剤と同時に塗付することにより行なった。なお、キトサン酢酸塩塗付に際し、油剤と混合するキトサン酢酸塩水溶液の濃度を変更し、キトサン酢酸塩付着量の異なる長繊維(実施例1-1から1-7)を採取した。

【0028】比較例1

キトサン酢酸塩水溶液の代りに、イオン交換水を用いた以外は実施例1と同様の方法で長繊維(比較例1)を得た。

【0029】実施例1で得た長繊維(実施例1-1から1-7)30g中のキトサン酢酸塩付着量、シェイクフラスコ菌減少率試験の結果、および比較例1で得た長繊維(比較例1)の菌減少率試験の結果を表1示す。

【0030】表1からも明らかなように、本発明の実施例1-1から1-7のキトサン酢酸塩が塗付された長繊維は、菌減少率が極めて高いものであり、一方、比較例1の長繊維は菌減少率が低いものであった。

【0031】

【表1】



キトサン酢酸塩の付着量と抗菌結果

検 体	キトサン酢酸塩の 付着量 (g/30g)	菌減少率 (%)
局方ガーゼ	—	25.1
実施例1-1	$8.1 \times 10^{-4}$	67.3
実施例1-2	$14 \times 10^{-4}$	93.3
実施例1-3	$31 \times 10^{-4}$	99.2
実施例1-4	$85 \times 10^{-4}$	99.9
実施例1-5	$138 \times 10^{-4}$	99.9
実施例1-6	$185 \times 10^{-4}$	99.9
実施例1-7	$185 \times 10^{-4}$	99.8
比較例1	—	24.2

## 【0032】実施例2

融点が128℃、メルトインデックス値が80g/10分のポリエチレン重合体成分Aと、融点が258℃、固有粘度が0.70のポリエステル重合体成分Bを複合紡糸孔200孔を有する紡糸口金4錘から芯鞘複合型長繊維を紡出した。単孔吐出量は重合体A、B共に0.3g/分（成分Aと成分Bの重量比は1:1）とした。紡出された長繊維系糸を冷却した後、紡糸口金下120cmの位置に配設された8個のエアースuckerに通して吸引、延伸し、3000m/分の速度で引き取り、帯電装置により強制的に帯電させて繊維を開繊し、30m/分で移動するウェブコンベア面上に堆積させウェブを得た。次に、得られたウェブを圧接面積率15%、表面加熱温度123℃のエンボスロールを使用し、線圧力30kg/cmでウェブを熱接着して不織布とした。得られた不織布は、目付けが30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が4.8kg/3cm、横方向の引張り強力が3.7kg/3cmであった。次に、上記ロール状に巻き取った複合型長繊維不織布にキトサン酢酸塩水溶液を塗付し

た。塗付は別途パッドドライ機を用い、所定濃度に調整したキトサン酢酸塩水溶液に浸漬した後、線圧力4.0kg/cmのニップローラーで絞り、さらに120℃の熱風循環乾燥機にて乾燥した後ロール状に巻き取った。処理速度は10m/分であった。なお、キトサン酢酸塩水溶液を塗布するに際しては、前記処理原液にイオン交換水を加えて濃度を変更し、キトサン酢酸塩の付着量の異なる長繊維不織布（実施例2-1～実施例2-7）を採取した。

## 【0033】比較例2

キトサン酢酸塩水溶液の代りにイオン交換水を噴霧塗布した以外は実施例2と全く同様な方法で処理した。

【0034】実施例2-1～2-7で得た長繊維不織布のキトサン酢酸塩付着量、実施例2-1～2-7、比較例2で得た長繊維不織布の抗菌性の結果を表2に示した。

## 【0035】

【表2】

キトサン酢酸塩の付着量と抗菌結果

検 体	キトサン酢酸塩の 付着量 (g / m <sup>2</sup> )	菌減少率 (%)
局方ガーゼ	—	25.1
実施例 2-1	$7.3 \times 10^{-4}$	62.5
実施例 2-2	$15 \times 10^{-4}$	92.3
実施例 2-3	$33 \times 10^{-4}$	99.6
実施例 2-4	$31 \times 10^{-4}$	96.8
実施例 2-5	$145 \times 10^{-4}$	99.9
実施例 2-6	$391 \times 10^{-4}$	99.9
実施例 2-7	$783 \times 10^{-4}$	99.8
比較例 2	—	22.5

## 【0036】実施例 3

融点が128℃、メルトインデックス値が80g/10分のポリエチレン重合体成分Aと、融点が258℃、固有粘度が0.70のポリエステル重合体成分Bを複合紡糸孔200孔を有する紡糸口金4針から芯鞘複合型長繊維を紡出した。単孔吐出量は重合体A、B共に0.3g/分(成分Aと成分Bの重量比は1:1)とした。紡出された長繊維糸条を冷却した後、紡糸口金下120cmの位置に配設された8個のエアースッカーに通して吸引、延伸し、3000m/分の速度で引き取り、帯電装置により強制的に帯電させて繊維を開繊し、30m/分で移動するウェブコンベアー面上に堆積させウェブを得た。次に、得られたウェブを圧接面積率15%、表面加熱温度123℃のエンボスロールを使用し、線圧力30kg/cmでウェブを熱接着して不織布とした。次に、所定濃度のキトサン酢酸塩水溶液を噴霧塗付した後、線圧3.5kg/cmのニップローラーを通過させた。さらに不織布を加熱温度120℃の熱風循環型乾燥機を通過させて乾燥した後、ロール状に巻き取った。得られた不織布は、目付けが30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が5.1kg/3cm、横方向の引張り強力が3.6kg/3cmであった。

## 【0037】比較例 3

キトサン酢酸塩水溶液の代りにイオン交換水を噴霧塗付した以外は実施例3と同様の工程で目付け30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が5.2kg/3cm、横方向の引張り強力が3.4kg/3cmの不織布を得た。

## 【0038】実施例 4

融点が128℃、メルトインデックス値が80g/10分のポリエチレン重合体成分Aと、融点が258℃、固有粘度が0.70のポリエステル重合体成分Bを複合紡糸孔200孔を有する紡糸口金4針から芯鞘複合型長繊維を紡出した。単孔吐出量は重合体A、B共に0.1g/分(成分Aと成分Bの重量比は1:1)とした。紡出された長繊維糸条

を冷却した後、表面温度が75℃の加熱ローラー群により250m/分の速度で引き取り、この加熱ローラー群と表面温度が90℃の加熱ローラー群の間で倍率4.0として延伸した。延伸繊維糸条を16個のエアースッカーに通して吸引し、帯電装置より強制的に帯電させて繊維を開繊し、10m/分で移動するウェブコンベアー面上に堆積させてウェブを得た。次に、得られたウェブを圧接面積率15%、表面加熱温度123℃のエンボスロールを使用し、線圧力30kg/cmでウェブを熱接着して不織布とした。次に、所定濃度のキトサン酢酸塩水溶液を噴霧塗付した後、線圧4.0kg/cmのニップローラーを通過させた。さらに不織布を加熱温度120℃の熱風循環型乾燥機を通過させて乾燥した後、ロール状に巻き取った。得られた不織布は、目付けが30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が5.1kg/3cm、横方向の引張り強力が3.6kg/3cmであった。

## 【0039】比較例 4

キトサン酢酸塩水溶液の代りにイオン交換水を噴霧塗付した以外は実施例4と同様の工程で目付け30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が5.4kg/3cm、横方向の引張り強力が3.2kg/3cmの不織布を得た。

## 【0040】実施例 5

オクテン-1を5重量%含有し、密度が0.937g/cm<sup>3</sup>、メルトインデックス値が25g/10分の線状低密度ポリエチレンを紡糸孔200孔を有する丸型紡糸口金4針から単一成分からなる長繊維を紡出した。単孔吐出量は0.9g/分とした。紡出された長繊維糸条を冷却した後、紡糸口金下100cmの位置に配設された8個のエアースッカーに通して吸引、延伸し、4500m/分の速度で引き取り、帯電装置により強制的に帯電させて繊維を開繊し、30m/分で移動するウェブコンベアー面上に堆積させウェブを得た。次に、得られたウェブを圧接面積率15%、表面加熱温度123℃のエンボスロールを使用し、線圧力

30kg/cmでウェブを熱接着して不織布とした。次に、所定濃度のキトサン酢酸塩水溶液を噴霧塗付した後、線圧4.0kg/cmのニップローラーを通過させた。さらに不織布を加熱温度120℃の熱風循環型乾燥機を通過させて乾燥した後、ロール状に巻き取った。得られた不織布は、目付けが30g/m<sup>2</sup>、経方向の引張り強力が3.1kg/3cm、横方向の引張り強力が2.2kg/3cmであった。

#### 【0041】比較例5

キトサン酢酸塩水溶液の代わりにイオン交換水を噴霧塗付した以外は実施例5と同様の工程で目付け30g/m<sup>2</sup>、\*10

\*経方向の引張り強力が2.9kg/3cm、横方向の引張り強力が2.1kg/3cmの長繊維不織布を得た。

【0042】実施例3、4、5で得た長繊維不織布のキトサン酢酸塩の付着量、実施例3、4、5および比較例3、4、5で得た長繊維不織布の抗菌性の結果を表3に示した。表3からも分かるように、本発明実施例3～5のキトサン酢酸塩が付着された不織布は菌減少率が極めて高いものである。

#### 【0043】

【表3】

キトサン付着量と抗菌結果

検 体	キトサン酢酸塩の 付着量 (g/m <sup>2</sup> )	菌減少率 (%)
局方ガーゼ	—	25.1
実施例3	210 × 10 <sup>-4</sup>	99.5
比較例3	—	31.3
実施例4	220 × 10 <sup>-4</sup>	99.7
比較例4	—	28.7
実施例5	210 × 10 <sup>-4</sup>	99.9
比較例5	—	24.1

#### 【0044】

【発明の効果】本発明の抗菌抗カビ防臭性長繊維の製造方法および抗菌抗カビ防臭性長繊維不織布の製造方法は、キトサンに水を加えて膨潤させた後、水と有機酸とを加えてキトサン有機酸塩の水溶液を作成し、このキトサン有機酸塩の水溶液と延伸油剤とを混合して混合液を作成し、溶融紡糸した糸条に前記混合液を塗布するものであり、このため糸条への均一な塗布が可能となって、得られる長繊維や不織布の全体に亘って均一にキチンの

30

脱アセチル化物を塗布させた状態とすることができ、したがって、この長繊維や不織布に優れた抗菌性、抗カビ性および防臭性を発現させることができる。しかも、キチンの脱アセチル化物の有機酸塩を用いているので、無毒性であると共に、使用に際してカブレなど人体への影響を生じることもなく、極めて安全性が高い。従って、一般衣料材、特に医療衛生材、寝装材用素材として好適に使用することができる。

フロントページの続き

- (56) 参考文献 特開 平2-127596 (J P, A)  
 特開 昭63-290808 (J P, A)  
 特開 昭63-225602 (J P, A)  
 特開 平2-154053 (J P, A)  
 特開 平4-82965 (J P, A)  
 特開 昭59-179817 (J P, A)  
 特開 昭63-50575 (J P, A)

- (58) 調査した分野(Int. Cl. 7, DB名)  
 D06M 11/00 - 23/18  
 D01F 11/00 - 11/16  
 A61L 2/16

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**